

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

51

Int. Cl.:

C 09 c, 1/36

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

52

Deutsche Kl.:

22 f, 1/36

10

11

21

22

49

# Offenlegungsschrift 1 592 873

Aktenzeichen: P 15 92 873.1 (F 50728)

Anmeldetag: 22. November 1966

Offenlegungstag: 11. Februar 1971

Ausstellungspriorität: —

50

Unionspriorität

52

Datum: 23. Dezember 1965

53

Land: Frankreich

51

Aktenzeichen: 43509

54

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung eines lichtbeständigen  
Titandioxyd-Pigments

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Fabrique de Produits Chimiques de Thann et de Mulhouse, Thann,  
Haut-Rhin (Frankreich)

Vertreter: Wittek, Dipl.-Chem. Dr. phil. H., Patentanwalt, 6700 Ludwigshafen

72

Als Erfinder benannt: Holbein, Raymond, Thann, Haut-Rhin (Frankreich)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): 31. 7. 1969  
Prüfungsantrag gemäß § 28 b PatG ist gestellt

DT 1 592 873

1592873

PATENT - ANMELDUNG

Fabriques de Produits Chimiques de Thann et de Mulhouse,  
T h a n n (Ht-Rhin), Frankreich

---

Verfahren zur Herstellung eines lichtbeständigen Titan-  
dioxyd-Pigments

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines lichtbeständigen Titandioxyd-Pigments, das eine gute Beständigkeit gegenüber unerwünschten fotochemischen Reaktionen in den Schichtenlagen auf Basis von Formol-Melamin-Harzen besitzt.

Es ist bekannt, daß die Titandioxyd-Pigmente Veranlassung zu beträchtlichen fotochemischen Reaktionen geben, wenn sie in eine dem Licht ausgesetzte reaktionsfähige Umgebung eingeführt worden sind. Die Reaktion verschlechtert schnell die anfängliche Färbung der Pigmente und soll so weit als möglich vermindert werden.

Es ist bereits bekannt, eine wässrige Suspension von Titandioxyd mit Silikaten, u.a. mit Magnesium-Silikat zu versetzen und das Pigment nach Abfiltrierung und Waschung zu trocknen und zu vermahlen. Man erhält aber hierbei nicht die gute Wirkung wie bei dem erfindungsgemäßen Verfahren.

Dieses Verfahren besteht darin, daß man auf dem Titandioxyd-Pigment Titandioxyd und Magnesiumdioxyd und gegebenenfalls Aluminiumoxyd niederschlägt und das so eingehüllte Pigment bei einer Temperatur von ungefähr  $600^{\circ}\text{C}$  kalzinieren.

Die erfindungsgemäße Behandlung von Titandioxyd-Pigmenten wird vorteilhaft wie folgt durchgeführt:

Zu einer Suspension von nicht behandeltem Rutil fügt man Na-Silikat hinzu, so daß ungefähr 2,5 Teile  $\text{SiO}_2$  auf 100 Teile  $\text{TiO}_2$  kommen. Die Suspension wird unter ständigem Rühren auf ungefähr  $60^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Nach einer gewissen Rührdauer fügt man soviel Mg-Sulfat hinzu, daß auf 100 Teile  $\text{TiO}_2$  ein Teil  $\text{MgO}$  kommt.

Dann neutralisiert man z.B. mit einer in Bezug auf  $\text{MgO}$  stoechiometrischen Menge von Natriumkarbonat. Nach ungefähr viertelstündlichem Rühren wird die Suspension einer starken Waschung unterworfen. Das Produkt wird dann in einen auf  $600^{\circ}$  erwärmten Ofen eingeführt, wobei es während sechs bis

acht Stunden kalziniert wird.

Das so gewonnene Titandioxyd-Pigment kann gebrochen, ferner zerkleinert und dann besonders in Schichten angewendet werden.

Man hat festgestellt, daß es vorteilhaft ist, nach der Einführung der stoechiometrischen Menge von Alkali Al-Sulfat hinzugeben, um einen pH-Wert von 7 - 7,5 zu erhalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird durch die nachfolgenden Beispiele erläutert, ist aber nicht darauf beschränkt.

Beispiel 1:

Zu drei Litern einer wässrigen Suspension von nicht behandeltem Rutil wird 500 g/l  $\text{TiO}_2$  und unter Rühren 1172 cm<sup>3</sup> einer Lösung von Na-Silikat mit 32 g/l  $\text{SiO}_2$  hinzugegeben und auf 60° C erwärmt.

Man hält das Rühren etwa 10 Minuten aufrecht und fügt dann 300 cm<sup>3</sup> einer Lösung von 50 g/l Mg-Sulfat hinzu. Man neutralisiert dann mit Natriumkarbonat, läßt 10 Minuten ruhen und unterwirft die Suspension einer kräftigen Waschung. Das Produkt wird dann in einen Ofen von 600° C eingeführt, worin es während sechs bis acht Stunden kalziniert wird. Nachdem es aus dem Ofen ausgeführt ist, zerkleinert man es.

Die Beständigkeit des auf diese Weise erhaltenen Pigments ist sehr gut. Das Maß der Beständigkeit ist auf folgende Weise nachweisbar. Man arbeitet in einen Papierbrei 20%  $\text{TiO}_2$  ein und zieht

die Masse in eine kleine Form aus. Nach dem Trocknen bekleidet man die geformte Masse mit Formol-Melaminharz und verpresst sie zu schichtenförmigen Streifen. In dieser Weise präpariert man 2 Streifen, den einen mit dem zu prüfenden  $\text{TiO}_2$ , den anderen mit dem bisher gebräuchlichen  $\text{TiO}_2$ .

Die beiden Streifen werden dann der Einwirkung eines Weatherometers unterworfen und man misst die Änderungen der Färbung des ausgesetzten Teils gegenüber einem Teil, welcher unter dem metallischen Träger verborgen ist, in Abhängigkeit von der Zeit.

Das erfindungsgemäß erhaltene  $\text{TiO}_2$  färbt sich nicht, das bisher im Handel befindliche  $\text{TiO}_2$  färbt sich mehr oder weniger stark.

Man kann die Stabilität des erfindungsgemäß behandelten Pigments mit der Stabilität des Handels-Standardpigments, das man einer Oberflächenbehandlung mit Kieselsäure und Tonerde ohne Rekalkination unterworfen hat, vergleichen, indem man willkürlich eine Stabilitätsstufenreihe aufstellt, in der C der Stabilität des oben erwähnten gewöhnlichen Pigments entspricht. In dieser Stabilitätsreihe beträgt dann die Stabilität des in Beispiel 1 erhaltenen Pigments 70 %.

#### Beispiel 2:

Zu drei Liter einer Suspension von nicht vorbehandeltem Rutil mit 500 g/l  $\text{TiO}_2$  fügt man, wie in Beispiel 1, 1172 cm<sup>3</sup> einer Lösung von Natriumsilikat und 300 cm<sup>3</sup> einer Lösung von Magne-

siumsulfat.

An Stelle von Natriumkarbonat verwendet man 300 cm<sup>3</sup> einer Lösung von 100 g/l Soda und hierauf eine Menge Aluminiumsulfat, die hinreicht, um einen pH-Wert von 7,5 - 8 zu erreichen.

Die Suspension wird hierauf gewaschen und, wie in Beispiel 1, kalzinieren.

Die Stabilität des erhaltenen Pigments ist ausgezeichnet. In der in Beispiel 1 aufgestellten Stabilitätsstufenreihe beträgt sie 80 %.

BAD ORIGINAL

009887/1608

Patentansprüche

- 1) Verfahren zur Herstellung eines lichtbeständigen Titandioxyd-Pigments, dadurch gekennzeichnet, dass man das mit Magnesiumsilikat bekleidete Titandioxyd-Pigment bei ungefähr 600° kalzinieren.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1), dadurch gekennzeichnet, dass man auf dem mit Magnesiumsilikat bekleideten Titandioxyd-Pigment vor der Kalzinierung Aluminiumoxyd niederschlägt.
- 3) Verfahren nach Anspruch 1) oder 2), dadurch gekennzeichnet, dass man auf dem Titandioxyd-Pigment soviel Magnesiumsilikat niederschlägt, dass das Titandioxyd-Pigment bezogen auf seinen  $\text{TiO}_2$ -Gehalt 2,5 %  $\text{SiO}_2$  und 1,0 %  $\text{MgO}$  enthält.

*Handwritten signature*

BAD ORIGINAL

009887/1608